

**POLARIZING FILM****Publication number:** JP2002174726 (A)**Publication date:** 2002-06-21**Inventor(s):** FUJIWARA NAOKI; ISOZAKI TAKANORI**Applicant(s):** KURARAY CO**Classification:****- international:** *G02B5/30; C08F16/06; C08J5/18; G02F1/1335; G02B5/30; C08F16/00; C08J5/18; G02F1/13; (IPC1-7): G02B5/30; C08F16/06; C08J5/18; G02F1/1335; C08L29/04***- European:****Application number:** JP20000371237 20001206**Priority number(s):** JP20000371237 20001206**Abstract of JP 2002174726 (A)**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a polarizing film excellent in polarizing performance in the visible ray spectral range and excellent in durability even when the film is left under high temperature and high humidity conditions for a long time. **SOLUTION:** The polarizing film consists of a polyvinyl alcohol derivative having a polyvinylene structure obtained from polyvinyl alcohol having <math>\geq 1.5</math> mol% proportion of 1,2-glycol couplings.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database — Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-174726  
(P2002-174726A)

(43) 公開日 平成14年6月21日 (2002. 6. 21)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-コード <sup>*</sup> (参考)
G 0 2 B 5/30		G 0 2 B 5/30	2 H 0 4 9
C 0 8 F 16/06		C 0 8 F 16/06	2 H 0 9 1
C 0 8 J 5/18	C E X	C 0 8 J 5/18	C E X 4 F 0 7 1
G 0 2 F 1/1335	5 1 0	G 0 2 F 1/1335	5 1 0 4 J 1 0 0
// C 0 8 L 29: 04		C 0 8 L 29: 04	
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁)			

(21) 出願番号 特願2000-371237(P2000-371237)

(22) 出願日 平成12年12月6日 (2000. 12. 6)

(71) 出願人 000001085

株式会社クラレ  
岡山県倉敷市酒津1621番地

(72) 発明者 藤原 直樹

岡山県倉敷市酒津1621番地 株式会社クラレ内

(72) 発明者 磯▲ざき▼ 孝徳

愛媛県西条市朔日市892番地 株式会社クラレ内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 偏光フィルム

(57) 【要約】

【課題】 可視光線スペクトルの範囲における偏光性能に優れ、高温高湿下に長期間放置した場合の耐久性にも優れる偏光フィルムを提供する。

【解決手段】 1, 2-グリコール結合量が1. 5モル%以下のポリビニルアルコールから得られるポリビニレン構造を有するポリビニルアルコール誘導体からなる偏光フィルムによって上記の課題は解決される。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 1, 2-グリコール結合量が 1.5 モル % 以下のポリビニルアルコールから得られるポリビニレン構造を有するポリビニルアルコール誘導体からなる偏光フィルム。

【請求項 2】 2 色性比が 2.5 以上である請求項 1 記載の偏光フィルム。

【請求項 3】 1, 2-グリコール結合量が 1.5 モル % 以下のポリビニルアルコールがその末端に R-S-基 (R はモノまたはポリヒドロキシ炭化水素基を示し、S は硫黄原子を示す) を有するものである請求項 1 又は 2 記載の偏光フィルム。

【請求項 4】 可視光線吸収スペクトルの範囲における最大吸収波長が 500 nm 以上である請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項記載の偏光フィルム。

【請求項 5】 1, 2-グリコール結合量が 1.5 モル % 以下のポリビニルアルコールの重合度が 1000 以上、4000 以下であり、けん化度が 95 モル % 以上である請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項記載の偏光フィルム。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明はポリビニレン構造を有するポリビニルアルコール誘導体からなる偏光フィルムに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 光の透過および遮蔽機能を有する偏光板は、光のスイッチング機能を有する液晶とともに、液晶ディスプレイ (LCD) の基本的な構成要素である。この LCD は、初期の頃の電卓および腕時計等の小型機器から、最近では、ラップトップパソコン、ワープロ、液晶カラープロジェクター、車載用ナビゲーションシステム、液晶テレビ等へと適用分野が広範囲に広がっている。LCD は、大画面での長時間の使用や屋外での使用が増えてきたことから、従来品以上に光学性能と耐久性が優れた偏光板が求められるようになってきている。

【0003】 一般に、偏光板は、ポリビニルアルコールフィルム (以下、ポリビニルアルコールフィルムを「PVA フィルム」と略記し、これの原料であるポリビニルアルコールをポリビニルアルコール系重合体と言い、これを「PVA」と略記することがある) を一軸延伸し、染色することにより製造した偏光フィルムの両面に、三酢酸セルロース (TAC) 膜などの支持板を貼り合わせた構成をしている。偏光フィルムとしては、PVA フィルムをヨウ素などで染色したヨウ素系偏光フィルム、PVA フィルムを二色性染料などにより染色した染料系偏光フィルム、PVA フィルムを脱水反応させて得られたポリビニレン構造を有する PVA 誘導体からなる偏光フィルムが知られている (米国特許第 2, 173, 304 号明細書)。

【0004】 これらの従来から知られている偏光フィル

ムのうち、ヨウ素系偏光フィルムや染料系偏光フィルムは、偏光性能は高いが、耐久性が低いという問題があった。また、ポリビニレン構造を有するポリビニルアルコール誘導体からなる偏光フィルムは、耐久性は優れているが、偏光性能が低いという問題があった。これらの問題点を解決するものとして、重合度が 2000 以上のポリビニルアルコールを材料に用いて得られたポリビニレン構造を有するポリビニルアルコール誘導体からなる偏光フィルムが提案されており (特開平 10-319236 号公報)、大きな改善効果が認められる。

【0005】 しかしながら、近年、画面がさらに大型化し、あるいは屋外でモバイル用途に用いられるようになるなど、LCD の用途開発の進展が著しく、今まで以上に優れた光学性能と耐久性を有する偏光板が求められている。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、耐久性および偏光性能に優れた偏光フィルムを提供することにある。

## 20 【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明によれば、上記課題は、1, 2-グリコール結合量が 1.5 モル % 以下のポリビニルアルコール (以下、このポリビニルアルコールを、通常の PVA と区別するため、変性 PVA と略記することがある。) から得られるポリビニレン構造を有するポリビニルアルコール誘導体からなる偏光フィルムによって達成することができる。本発明の偏光フィルムは、可視光線スペクトルの範囲における偏光性能に優れ、高温高湿下に長期間放置した場合の耐久性にも優れている。

## 【0008】

【発明の実施の形態】 以下、本発明をさらに詳しく説明する。本発明において用いられる変性 PVA は、1, 2-グリコール結合量が 1.5 モル % 以下であることが必要であり、より好ましくは 1.4 モル % 以下、さらに好ましくは 1.2 モル % 以下、特に好ましくは 1.0 モル % 以下である。偏光フィルムの耐熱性、耐久性および偏光性能を向上させる観点から、変性 PVA の 1, 2-グリコール結合量は低いほど好ましいが、1, 2-グリコール結合量が低くなり過ぎると、変性 PVA の製造自体が困難になることから、0.5 モル % 以上であることが適当である。

【0009】 本発明において、変性 PVA の重合度は、変性 PVA からなるフィルムの強度および加工特性を考慮すると、1000 以上であることが好ましく、より好ましくは 1800 以上、特に好ましくは 2000 以上である。変性 PVA の重合度は、製膜および延伸等の加工特性の点から 8000 以下であることが好ましく、より好ましくは 4000 以下、特に好ましくは 3000 以下である。なお、変性 PVA の重合度の測定は JIS-K

6726に記載の方法により求めることができる。

【0010】変性PVAのけん化度は、得られるポリビニレン構造を有するフィルムの偏光性能および耐久性の点から95モル%以上であることが好ましく、より好ましくは98モル%以上、特に好ましくは99モル%以上、最適には99.5モル%以上である。さらに、変性PVAのけん化度は高いほど好ましいが、けん化度が高くなり過ぎると、変性PVAの製造自体が困難になることから、99.99モル%以下であることが適当である。なお、本明細書でいうけん化度とは、けん化により

ビニルアルコール単位に変換されうる単位の中で、実際にビニルアルコール単位にけん化されている単位の割合を示したものである。変性PVAのけん化度はJISK6726に記載の方法により求めることができる。

【0011】本発明の偏光フィルムは、2色比が25以上であることが好ましく、30以上がより好ましく、33以上が特に好ましい。偏光フィルムの2色比を向上させる方法としては、低酸素雰囲気下で、脱水促進剤を含有させた1, 2-グリコール結合量が小さいPVAからなるフィルムを高い延伸倍率で乾熱延伸する方法が好ま

しい。

【0012】偏光フィルムの可視光線吸収スペクトル（波長：380～780nm）の範囲における最大吸収波長は、500nm以上であることが好ましく、520nm以上がより好ましく、540nm以上が特に好ましい。最大吸収波長の上限は、650nmであることが好ましく、630nmがより好ましい。変性PVAの1, 2-グリコール結合量が小さくなるほど、最大吸収波長は高波長側に移動する傾向がある。最大吸収波長が上記の範囲内にある場合には、ポリビニレン構造を形成する共役二重結合のビニレン単位の数

が15～30個程度と考えられる。

【0013】本発明において用いられる1, 2-グリコール結合量が1.5モル%以下のPVAは、ビニルエステル系モノマーを50℃以下の温度で重合してビニルエステル系重合体を得、これをけん化することによって得ることができる。

【0014】ビニルエステル系モノマーの重合法としては、低温塊状重合法、低温懸濁重合法および低温乳化重合法が挙げられる。低温重合法においては、ビニルエステル系モノマーのように連鎖移動が大きい重合系では重合温度の低下とともに連鎖移動が抑えられるために、通常では重合度が高くなるが、重合速度等を調節し、さらに連鎖移動剤を併用することにより、1, 2-グリコール結合量が1.5モル%以下で、かつ所望の重合度を有するPVAを得ることができる。重合温度は重合のし易さおよび得られる偏光フィルムの性能の点から、-50～50℃の範囲が好適であり、-40～40℃の範囲が好ましく、-30～20℃の範囲が特に好ましい。重合触媒としては、アゾ系触媒、過酸化

物系触媒等が挙げられる。また、偏光フィルムの耐久性および偏光性能の点から、ビニルエステル系モノマーの重合はレドックス系触媒を用いた低温乳化重合法によるのが好ましい。

【0015】ビニルエステル系モノマーの重合に用いることができる連鎖移動剤としては、アルデヒド化合物などの従来公知のものを好適に用いることができ、とくに偏光フィルムの耐久性および偏光性能の点から、R'S-H（R'は炭素数1～18の炭化水素基又はモノもしくはポリヒドロキシ炭化水素基を示し、Sは硫黄原子を示す）で表されるメルカプタンが好ましく用いられる。上記式で表されるメルカプタンにおいて、R'の炭素数が1より小さい場合には、メルカプタンの反応性が高すぎて取扱いが困難になり、また炭素数が18を超えると、得られるPVAの結晶性が低下し、目的とする耐久性の優れた偏光フィルムを得ることができなくなる。使用可能なメルカプタンの例としては、例えば、メタンチオール、エタンチオール、n-プロパンチオール、i-プロパンチオール、n-ブタンチオール、i-ブタンチオール、t-ブタンチオール、n-ヘキサンチオール、n-オクタンチオール、i-オクタンチオール、n-デカンチオール、n-ドデカンチオール、t-ドデカンチオール、n-テトラデカンチオール、n-ヘキサデカンチオール、n-オクタデカンチオール、2-メルカプトエタノール、3-メルカプト-1-プロパノール、1-メルカプト-2-プロパノール、3-メルカプト-1, 2-プロパンジオール、4-メルカプト-1-ブタノール、3-メルカプト-2-ブタノールなどを挙げることができる。これらの中でも、臭気が比較的小さく、作業性が良好で反応性が比較的高く、かつ得られるPVAの結晶性を損なうことがない等の点から、モノまたはポリヒドロキシ炭化水素基を含有するメルカプタンがさらに好ましく、2-メルカプトエタノール、3-メルカプト-1-プロパノール、4-メルカプト-1-ブタノールなどのモノヒドロキシ基を含有するメルカプタンが特に好ましい。本発明において用いられる変性PVAを製造する過程において、ビニルエステル系モノマーの重合時に連鎖移動剤としてメルカプタンが用いられた場合には、変性PVAの分子末端にメルカプト基が導入されることになる。変性PVAの分子末端にメルカプト基が導入されたフィルムからは、理由は定かではないが、一層耐久性および光学性能が優れた偏光フィルムを得ることができるので、そのフィルムの使用は好ましく、推奨される。

【0016】本発明において1, 2-グリコール結合量が1.5モル%以下のPVAの製造に用いることができるビニルエステル系モノマーとしては、例えば、ギ酸ビニル、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、バレリン酸ビニル、ラウリン酸ビニル、ステアリン酸ビニル、安息香酸ビニル、ピバリン酸ビニル、パーサチック酸ビニル等

を挙げることができ、これらの中でも酢酸ビニルが好ましい。

【0017】ビニルエステル系モノマーを共重合させる際に、必要に応じて、共重合可能なモノマーを、発明の効果を損なわない範囲内（好ましくは15モル%以下、より好ましくは5モル%以下の割合）で共重合させることができる。

【0018】このようなビニルエステル系モノマーと共重合可能なモノマーとしては、例えば、エチレン、プロピレン、1-ブテン、イソブテン等の炭素数3~30のオレフィン類；アクリル酸およびその塩；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸i-プロピル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸i-ブチル、アクリル酸t-ブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ドデシルアクリル酸オクタデシル等のアクリル酸エステル類；メタクリル酸およびその塩；メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸i-プロピル、メタクリル酸n-ブチル、メタクリル酸i-ブチル、メタクリル酸t-ブチル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸オクタデシル等のメタクリル酸エステル類；アクリルアミド、N-メチルアクリルアミド、N-エチルアクリルアミド、N,N-ジメチルアクリルアミド、ジアセトンアクリルアミド、アクリルアミドプロパンスルホン酸およびその塩、アクリルアミドプロピルジメチルアミンおよびその塩またはその4級塩、N-メチロールアクリルアミドおよびその誘導体等のアクリルアミド誘導体；メタクリルアミド、N-メチルメタクリルアミド、N-エチルメタクリルアミド、メタクリルアミドプロパンスルホン酸およびその塩、メタクリルアミドプロピルジメチルアミンおよびその塩またはその4級塩、N-メチロールアクリルアミドおよびその誘導体等のメタクリルアミド誘導体；メチルビニルエーテル、エチルビニルエーテル、n-プロピルビニルエーテル、i-プロピルビニルエーテル、n-ブチルビニルエーテル、i-ブチルビニルエーテル、t-ブチルビニルエーテル、ドデシルビニルエーテル、ステアシルビニルエーテル等のビニルエーテル類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のニトリル類；塩化ビニル、塩化ビニリデン、フッ化ビニル、フッ化ビニリデン等のハロゲン化ビニル類；酢酸アリル、塩化アリル等のアリル化合物；マレイン酸およびその塩またはそのエステル；イタコン酸およびその塩またはそのエステル；ビニルトリメトキシシラン等のビニルシリル化合物；酢酸イソプロペニル等を挙げることができる。

【0019】本発明において1, 2-グリコール結合量が1.5モル%以下のPVAは、上記したポリビニルエステル系重合体をアルカリ触媒または酸触媒を用い、公知の方法にしたがってけん化することにより製造するこ

とができる。

【0020】本発明の偏光フィルムは、1, 2-グリコール結合量が1.5モル%以下のPVAを製膜して得られるフィルムを材料にして製造される。PVAからフィルムを製膜する方法としては、樹脂から形成されるフィルム、乾燥ドラム又は乾燥ベルトの上にPVA溶液を流延するキャスト法あるいはダイキャスト法が挙げられる。これらのフィルムの製膜方法におけるPVAの溶剤としては、水、有機溶剤又は水と有機溶剤の混合液が挙げられる。この場合の有機溶剤としては、ジメチルスルホキシド、フェノール、メタノール、エタノールなどが挙げられる。PVA溶液には、必要に応じて、可塑剤、界面活性剤、二色性染料、無機塩類等を添加することができる。製膜されたPVAフィルムは、必要に応じて熱処理を施してもよい。PVAフィルムの厚みは、5~500 $\mu$ mが好ましく、10~200 $\mu$ mがより好ましく、20~100 $\mu$ mが特に好ましい。

【0021】本発明の偏光フィルムは、PVAフィルムの予備膨潤処理、ポリビニレン構造を生成させる脱水処理、一軸延伸処理（一軸延伸処理と脱水処理は同時に行われる場合が多い。）、ホウ素化合物などによる固定処理、乾燥処理などの工程を経て製造することができ、これらの工程の順番および回数には特に制限はない。これらの工程を経て製造された偏光フィルムは、さらに必要に応じて熱処理を施してもよい。

【0022】PVAフィルムは脱水処理され、これにより、PVAにポリビニレン構造が形成される。PVAフィルムの脱水処理は、脱水促進剤を含有させたPVAフィルムを延伸し、あるいは延伸したPVAフィルムに脱水促進剤を含有させて加熱することにより行うことができる。PVAフィルムに脱水促進剤を含有させる方法としては、脱水促進剤を含有する水溶液にPVAフィルムを浸漬する方法、気体状の脱水促進剤の雰囲気下にPVAフィルムを置く方法、脱水促進剤を含有するPVA溶液を製膜する方法などが挙げられる。脱水促進剤としては、塩酸、硫酸などのプロトン酸、および塩化第二錫、臭化第二錫などのハロゲン化第二錫が挙げられる。脱水促進剤はPVAに対して0.001~10重量%の範囲の量で添加されるのが好ましい。脱水促進剤の量が上記の範囲より少ないと、偏光性能が発現し難くなる傾向がある。脱水促進剤の量が上記の範囲より多いと、効率的な脱水が難しくなることがある。脱水促進剤が添加される時期としては、PVAフィルムの製膜時、PVAフィルムの一軸延伸の前、PVAフィルムの脱水処理の前が挙げられる。脱水促進剤をPVAフィルムの製膜原液に添加する場合には、製膜時の乾燥温度が高すぎるとPVAが熱酸化される恐れがあるので注意を要する。

【0023】PVAフィルムを一軸延伸する方法としては、乾熱延伸、湿式延伸、温水中での延伸、フィルムを吸水させた状態での空気中での延伸などが挙げられる。

PVAフィルムを乾熱延伸する際の延伸温度は100℃以上であることが好ましく、120℃以上がより好ましく、140℃以上が特に好ましい。延伸温度は250℃以下であることが好ましく、230℃が以下がより好ましく、220℃以下が特に好ましい。延伸温度は、延伸中のフィルムの延伸状態に応じて変化させてもよい。また、PVAフィルムを乾熱延伸する場合は、PVAの酸化による着色が生じる恐れがあるため、窒素雰囲気下又は真空中などの低酸素雰囲気下で行うことが好ましい。PVAフィルムは、乾熱延伸中に、偏光性能を有するポリビニレン構造が形成された着色フィルムに変化する。PVAフィルムを湿式延伸する際の延伸温度は20℃以上であることが好ましく、40℃以上がより好ましく、50℃以上が特に好ましい。延伸温度は90℃以下であることが好ましく、80℃がより好ましい。PVAフィルムを湿式延伸するのみでは、ポリビニレン構造が生成しにくい、別途、加熱処理が必要となる。延伸温度が低い場合には、高い倍率に延伸することが困難であり、偏光性能が向上しにくい。一方、延伸温度が高い場合には、延伸中にフィルムの切断が生じやすい。なお、延伸を二回以上に分けて行う場合には、乾熱延伸—乾熱延伸、湿式延伸—湿式延伸などの同じ種類の延伸の組合せを繰り返してもよく、あるいは乾式延伸—湿式延伸、湿式延伸—乾式延伸などの異なった延伸の組合せを繰り返してもよい。延伸倍率は4倍以上が好ましく、5倍以上がより好ましい。延伸倍率が大きくなるにつれてフィルムにおける最大吸収波長が高波長側に移動し、光学特性が向上する。延伸倍率の上限は、均一な延伸性の点から、10倍が好ましく、9倍がより好ましい。

【0024】PVAフィルムの延伸時における脱水処理が十分行われないう、ポリビニレン構造の生成が不十分な場合には、延伸したPVAフィルムに脱水促進剤を添加した後、加熱することにより、さらにPVAフィルムの脱水処理を行う。この場合の加熱温度は90～180℃の範囲が好ましく、130～170℃の範囲がより好ましい。PVAフィルムからの脱水量は、PVAフィルムの厚さが30～100μmの場合には、PVAフィルムに対して1～5重量%の量であることが好ましい。PVAフィルムからの脱水量が少ないと可視光線の吸収量が低下し、十分な偏光性能が発現しない。一方、脱水量が多すぎると、可視光線の吸収量が過度になって、適度に透明な偏光フィルムが得られにくくなったり、分子間の架橋反応が生じて、共役二重結合の数が減少し、フィルムが脆化したりする。

【0025】偏光フィルム中に脱水促進剤が残存すると、偏光フィルムを高い温度に放置した場合に偏光性能が変化する恐れがあるため、その防止のため、偏光フィルムを水、弱アルカリ水溶液、含水メタノール、食塩水などの無機物水溶液に浸漬して脱水促進剤を除去するのがよい。

【0026】PVAにポリビニレン構造が形成されたPVAフィルムは、1～6重量%のホウ素化合物（例：ホウ酸）を含有する固定処理浴に浸漬するのが好ましい。この浸漬処理は要求される耐水性のレベルに応じて行えばよい。固定処理浴の温度は20～70℃の範囲に保たれるのが好ましい。固定処理浴から取り出した後のPVAフィルムは乾燥に付され、その乾燥時の温度は30～80℃の範囲にあるのが好適である。PVAフィルムは乾燥後、さらに50～150℃の範囲の温度で熱処理を施してもよい。

【0027】本発明の偏光フィルムの厚さは5～200μmの範囲にあるのが好ましく、10～100μmの範囲にあるのがより好ましい。本発明の偏光フィルムに更に十分な耐水性を付与するためには、その両面あるいは片面に、透明でかつ機械的強度を有する保護フィルムを貼り合わせて偏光板としてもよい。この目的に使用される保護フィルムとしては、通常セルロースアセテート系フィルム、アクリル系フィルム、ポリエステル系フィルム等が挙げられる。

【0028】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明は実施例により何ら限定されるものではない。なお、実施例中の「%」および「部」は特に断りのない限り、それぞれ「重量%」および「重量部」を意味する。偏光フィルム中のポリビニレン構造は、紫外可視分光スペクトルを用いて可視光線吸収スペクトル（波長：380～780nm）の範囲における最大吸収波長を測定することにより確認した。偏光フィルムの透過度、偏光度および二色性比は、日本電子機械工業会規格（EIAJ）LD-201-1983に準拠し、分光光度計を用いてC光源、2度視野にて測定して計算した。なお、偏光フィルムは通常保護フィルムをラミネートした状態で使用されるが、以下の実施例では、保護フィルムのない偏光フィルム単独の状態で測定した。

【0029】なお、実施例に記載されている偏光フィルムの二色性比の算出は以下の方法に行った。

二色性比：得られた偏光フィルムの偏光性能を評価する指数として二色性比を使用した。この二色性比は、日本電子機械工業会規格（EIAJ）LD-201-1983に準拠し、分光光度計を用いて、C光源、2度視野にて測定、計算して得られた透過度TS（%）と偏光度P（%）を使用して下記の式から求めた。

二色性比 =  $\log(TS/100 - TS/100 \times P/100) / \log(TS/100 + TS/100 \times P/100)$

【0030】実施例1

2-メルカプトエタノールを連鎖移動剤に使用し、-20℃で低温乳化重合を行うことにより、1、2-グリコール結合量が0.7モル%、けん化度99.9モル%、重合度2400のヒドロキシエチルチオ基を有する変性

PVAを得た。この変性PVAを用いて厚さ100 $\mu$ mのPVAフィルムを作製し、これを20℃の塩酸水溶液(0.01規定)中に10分間浸漬し、その後20℃で30分間乾燥した。得られたPVAフィルムを190℃の窒素中で一軸方向に6.8倍に延伸し、次いで、この延伸されたPVAフィルムを4%のホウ酸水溶液中に10分間浸漬し、塩酸の除去と固定処理を同時に行った。最後に、得られたフィルムを40℃の温風で乾燥することにより、厚さ20 $\mu$ mのポリビニレン構造を有する偏光フィルムを得た。得られた偏光フィルムについて透過度、偏光度、二色性比および最大吸収波長を測定し、さらに該偏光フィルムを80℃、90%RHの条件で1000時間放置した後に透過度、偏光度および二色性比を測定した。その結果を表1に示す。

#### 【0031】実施例2

4-メルカプト-1-ブタノールを連鎖移動剤に使用し、-20℃で低温乳化重合を行うことにより、1,2-グリコール結合量が0.8モル%、ケン化度99.9モル%、重合度1900のヒドロキシブチルチオ基を有する変性PVAを得た。この変性PVAを用いて厚さ75 $\mu$ mのPVAフィルムを作製し、これを20℃の硫酸水溶液(0.01規定)中に10分間浸漬し、その後20℃で30分間乾燥した。得られたPVAフィルムを220℃の窒素中で一軸方向に6.5倍に延伸し、次いで、この延伸されたPVAフィルムを蒸留水で洗浄した。最後に、得られたフィルムを40℃の温風で乾燥することにより、厚さ18 $\mu$ mのポリビニレン構造を有する偏光フィルムを得た。偏光フィルムの光学特性を実施例1と同様にして評価した結果を表1に示す。

#### 【0032】実施例3

n-ブタンチオールを連鎖移動剤に使用し、30℃で低温溶液重合を行うことにより、1,2-グリコール結合量が1.3モル%、ケン化度99.9モル%、重合度1700のブチルチオ基を有する変性PVAを得た。この変性PVAを用いて厚さ75 $\mu$ mのPVAフィルムを作製し、これを20℃の硫酸水溶液(0.1規定)中に10分間浸漬し、その後20℃で30分間乾燥した。得られたPVAフィルムを160℃の窒素中で一軸方向に5.2倍に延伸し、次いで、この延伸されたPVAフィルムを蒸留水で洗浄した。最後に、得られたフィルムを40℃の温風で乾燥することにより、厚さ24 $\mu$ mのポ

リビニレン構造を有する偏光フィルムを得た。偏光フィルムの光学特性を実施例1と同様にして評価した結果を表1に示す。

#### 【0033】実施例4

30℃の低温溶液重合で得た、1,2-グリコール結合量が1.3モル%、ケン化度99.9モル%、重合度1700のPVAから作製した厚さ75 $\mu$ mのPVAフィルムを20℃の硫酸水溶液(0.1規定)中に10分間浸漬した。20℃で30分間乾燥した。160℃の窒素中で一軸方向に5.2倍に延伸した。次に、蒸留水で洗浄した。最後に、40℃の温風で乾燥することにより、厚さ24 $\mu$ mのポリビニレン構造を有する偏光フィルムが得られた。偏光フィルムの評価結果を表1に示す。

#### 【0034】比較例1

重合度1700、ケン化度99.9モル%、1,2-グリコール結合量1.6モル%のPVAを製膜して得られる、厚さ100 $\mu$ mのPVAフィルムを20℃の硫酸水溶液(0.5規定)中に10分間浸漬し、その後20℃で30分間乾燥した。得られたPVAフィルムを130℃の空气中で一軸方向に4.3倍に延伸し、次いで、この延伸されたPVAフィルムを蒸留水で洗浄した。最後に、得られたフィルムを40℃の温風で乾燥することにより、厚さ51 $\mu$ mのポリビニレン構造を有する偏光フィルムを得た。偏光フィルムの光学特性を実施例1と同様にして評価した結果を表1に示す。

#### 【0035】比較例2

重合度4000、ケン化度99.7モル%、1,2-グリコール結合量1.6モル%のPVAを製膜して得られる、厚さ75 $\mu$ mのPVAフィルムを30℃の染色水溶液(ヨウ素0.2g/l、ヨウ化カリウム20g/l、ホウ酸40g/l)中に3分間浸漬した。その後、PVAフィルムを50℃のホウ酸水溶液(40g/l)中で一軸方向に4倍に延伸し、30℃の処理水溶液(ヨウ化カリウム20g/l、ホウ酸40g/l、塩化亜鉛10g/l)中に4分間浸漬した。最後に、得られたフィルムを40℃の温風で乾燥することにより、厚さ16 $\mu$ mの(ポリビニレン構造を有していない)ヨウ素系偏光フィルムを得た。偏光フィルムの光学特性を実施例1と同様にして評価した結果を表1に示す。

#### 【0036】

#### 【表1】

11

12

	放置前の偏光フィルムの光学特性				放置後の偏光フィルムの光学特性 (放置条件: 80℃, 90% RHで1000時間)		
	透過度 (%)	偏光度 (%)	2色性比	最大吸収波 長 (nm)	透過度 (%)	偏光度 (%)	2色性比
実施例 1	44.1	98.3	3.6	610	43.7	97.8	3.2
" 2	43.0	99.0	3.5	605	42.5	98.0	2.8
" 3	41.0	99.1	2.8	600	38.1	98.9	2.0
" 4	43.4	96.4	2.6	580	40.6	94.9	1.7
比較例 1	40.0	77.2	7	490	42.9	58.1	4
" 2	43.4	99.1	3.8	—	90.7	0.0	1

## 【0037】

【発明の効果】本発明の偏光フィルムは、可視光線スペクトルの範囲における偏光性能に優れ、さらには高温高湿下に長期間放置した場合の耐久性にも優れており、こ\*

\*これらの優れた特性を生かして、LCDナビゲーションシステムだけでなく、LCDテレビなどの温度や湿度変化が大きい車載LCD用の偏光板の製造に有効に使用することができる。

---

フロントページの続き

Fターム(参考) 2H049 BA02 BA26 BB33 BB43 BC03  
BC22  
2H091 FA08X FA08Z FB02 LA04  
LA06 LA30  
4F071 AA29 AC13 AC13A AF29A  
AF35A AH12 AH16 BA02  
BB02 BC01  
4J100 AD02P CA01 CA04 DA01  
FA04 JA39